

COMPOSITE MATERIAL

Publication number: JP2003165787

Publication date: 2003-06-10

Inventor: ISHIKAWA SHUHEI; MITSUI TAKASHI; SUZUKI TAKESHI; NAKAYAMA NOBU SUKE; TAKEUCHI HIROYUKI; YASUI SEIJI

Applicant: NGK INSULATORS LTD

Classification:

- International: C04B41/88; B32B15/04; C04B41/51; C04B41/52; C04B41/90; C22C1/10; C22C9/00; C22C9/01; C22C9/05; C22C9/06; C22C9/10; H01L21/48; H01L23/15; H01L23/373; C04B41/88; B32B15/04; C04B41/45; C04B41/89; C22C1/10; C22C9/00; C22C9/01; C22C9/05; C22C9/06; C22C9/10; H01L21/02; H01L23/12; H01L23/34; (IPC1-7): C04B41/88; C22C9/00

- European: C22C9/00; C04B41/51; C04B41/52; C04B41/88; C04B41/90; C22C1/10D; C22C9/01; C22C9/05; C22C9/06; C22C9/10; H01L21/48C5; H01L23/373H

Application number: JP20020245820 2002020826

Priority number(s): JP20020245820 2002020826; JP20010285265 20010919

Also published as:

US6953539 (B2)

US2003054188 (A1)

KR20030025188 (A)

Report a data error here

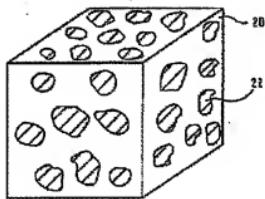
Abstract of JP2003165787

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain characteristics suitable for a balance between a thermal expansion coefficient and a thermal conductivity which is required in insulation electronic parts (including a semiconductor device), etc.

SOLUTION: A composite material is composed by impregnating Sic 20, which is obtained by pre-burning a porous body having a thermal expansion coefficient lower than that of copper and making the body into a network, with a copper alloy 22. In the composite material, copper and additive elements are so prepared that the thermal conductivity of the material is characteristically $>160 \text{ W/mK}$. The copper alloy 22, with which the Sic 20 is impregnated, contains one kind or more of additive elements selected from Be, Al, Si, Mg, Ti, Ni, Bi, Te, Zn, Pb, Sn, and a misch metal within the range of $\leq 5\%$ to the copper content, and contains inevitable impurity components and gas components.

COPYRIGHT: (C)2003,JPO

FIG. 2



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本|特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-165787

(P2003-165787A)

(43)公開日 平成15年6月10日 (2003.6.10)

(51)IntCl⁷

類別記号

F I

ナ-コード⁷(参考)

C 04 B 41/88

C 04 B 41/88

U

C 22 C 9/00

C 22 C 9/00

審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 21 頁)

(21)出願番号 特願2002-245820(P2002-245820)

(71)出願人 000004064

(22)出願日 平成14年8月26日 (2002.8.26)

日本碍子株式会社

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

(31)優先権主張番号 特願2001-285265(P2001-285265)

(72)発明者 石川 修平

(32)優先日 平成13年9月19日 (2001.9.19)

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

(33)優先権主張国 日本 (JP)

本碍子株式会社内

(72)発明者 三井 任

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

(74)代理人 100077665

本碍子株式会社内

弁理士 千葉 刚宏 (外1名)

最終頁に続く

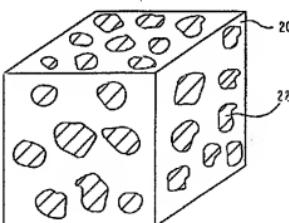
(54)【発明の名称】 複合材料

(57)【要約】

【課題】実際の電子部品(半導体装置を含む)等で求められる熱膨張率と熱伝導率とのバランスに適合した特性を得る。

【解決手段】銅の熱膨張率よりも低い熱膨張率をもつ多孔質体を予備焼成してネットワーク化することによって得られるSiC20に銅合金22が含浸されて構成された複合材料において、熱伝導率が160W/mK以上の特性を有するように銅と添加元素とを調製する。この場合、SiC20に含浸される銅合金22は、銅の成分に5%までの範囲で、Be、Al、Si、Mg、Ti、Ni、Bi、Te、Zn、Pb、Sn、ミッショナルから選択された1種以上の添加元素を含み、かつ、不可避の不純物成分及びガス成分を含む。

FIG. 2



【特許請求の範囲】

【請求項1】銅の熱膨張率よりも低い熱膨張率をもつ多孔質体を予備焼成してネットワーク化することによって得られる多孔質セラミック焼結体に銅合金が含浸されて構成された複合材料において、

熱伝導率が160W/mK以上の特性を有するように前記銅と添加元素とが調製されていることを特徴とする複合材料。

【請求項2】請求項1記載の複合材料において、

熱伝導率が180W/mK以上の特性を有するように前記銅と添加元素とが調製されていることを特徴とする複合材料。

【請求項3】請求項1又は2記載の複合材料において、前記添加元素は、前記銅に添加することで凝固温度範囲が70°C以上に広がり、かつ、融点が低下するものであることを特徴とする複合材料。

【請求項4】請求項1～3のいずれか1項に記載の複合材料において、前記多孔質セラミック焼結体に含浸される前記銅合金は、銅の成分に5%までの範囲で、1以上の炭化物生成元素、1以上の酸化物生成元素又は1以上の表面活性元素から1種以上の添加元素を含むことを特徴とする複合材料。

【請求項5】請求項1～4のいずれか1項に記載の複合材料において、

前記多孔質セラミック焼結体に含浸される前記銅合金は、銅の成分に5%までの範囲で、Be、Al、Si、Mg、Ti、Ni、Bi、Te、Zn、Pb、Sn、ミッシュメタルから選択された1種以上の添加元素を含むことを特徴とする複合材料。

【請求項6】請求項5記載の複合材料において、前記多孔質セラミック焼結体に含浸される前記銅合金は、銅の成分に0.01～3.0%までの範囲で、Be及び/又はTeの添加元素を含むことを特徴とする複合材料。

【請求項7】銅の熱膨張率よりも低い熱膨張率をもつ多孔質体を予備焼成してネットワーク化することによって得られる多孔質セラミック焼結体から構成された複合材料において、前記複合材料は、前記多孔質焼結体の表面に形成された酸化皮膜と、前記酸化皮膜に含浸される銅合金とを有し、

前記複合材料の熱伝導率が200W/mK以上の特性を有するように前記銅と添加元素とが調製されていることを特徴とする複合材料。

【請求項8】請求項7記載の複合材料において、前記熱伝導率が220W/mK以上の特性を有するように前記銅と前記添加元素とが調製されていることを特徴とする複合材料。

【請求項9】請求項7又は8記載の複合材料において、

前記酸化皮膜に含浸される前記銅合金は、銅の成分に1以上の酸化物生成元素又は1以上の表面活性元素から1種以上の添加元素を含むことを特徴とする複合材料。

【請求項10】請求項7～9のいずれか1項に記載の複合材料において、

前記酸化皮膜に含浸される前記銅合金は、銅の成分にBe、Ca、Mg、Ti、Zr、Bi、Ni、Te、ミッシュメタルから選択された1種以上の添加元素を含むことを特徴とする複合材料。

【請求項11】請求項1～10のいずれか1項に記載の複合材料において、

室温から200°Cまでの平均熱膨張率が4.0×10⁻⁶/°C～9.0×10⁻⁶/°Cであることを特徴とする複合材料。

【請求項12】請求項1～11のいずれか1項に記載の複合材料において、

前記多孔質セラミック焼結体は、SiC、AlN、Si₃N₄、BeC、BeOから選択された1種以上の化合物からなることを特徴とする複合材料。

【請求項13】請求項1～2記載の複合材料において、前記多孔質セラミック焼結体がSiCである場合に、該SiCの気孔率が10vol%～70vol%であることを特徴とする複合材料。

【請求項14】請求項7～13のいずれか1項に記載の複合材料において、

前記酸化皮膜の厚みは、0.01μm～10μmの範囲内であることを特徴とする複合材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、無機物質又は無機物質の酸化皮膜に金属が含浸された複合材料にし、例えば半導体素子から発生する熱を効率よく放熱させる半導体ヒートシンクを構成するためのヒートシンク等に用いて好適な複合材料に関する。

【0002】

【従来の技術】一般に、半導体装置にとって熱は大敵であり、内部温度が最大許容接合温度を超えないようにしなければならない。また、パワートランジスタや半導体整流素子等の半導体装置では、動作面積当たりの消費電力が大きいため、半導体装置のケース(パッケージ)やリードから放出される熱量だけでは、発生熱量を放出しきれず、装置の内部温度が上昇して熱破壊を引き起こすおそれがある。

【0003】この現象は、CPUを搭載した半導体装置においても同じであり、クロック周波数の向上に伴って動作時の発熱量が多くなり、放熱を考慮した熱設計が重要な事項となってきている。

【0004】前記熱破壊の防止等を考慮した熱設計においては、半導体装置のケース(パッケージ)に放熱面積の大きいヒートシンクを固着することを加味した素子設

計や実装設計が行われている。

【0005】前記ヒートシンク用の材料としては、一般に、熱伝導度の良好な銅やアルミニウム等の金属材料が使用されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】近時、CPUやメモリ等の半導体装置においては、低消費電力を目的とした低電力駆動を図りながらも、素子の高集積化と素子形成面積の拡大化に伴って半導体装置が大型化する傾向にある。半導体装置が大型化すると、半導体基体（シリコン基板やGaAs基板）とヒートシンクとの熱膨張の差によって生じる応力が大きくなり、半導体装置の制限現象や機械的破壊が生じるおそれがある。

【0007】これを防止するためには、半導体装置の低電力駆動を実現しヒートシンク材の改善が挙げられる。半導体装置の低電力駆動は、現在、電源電圧として、從来から用いられてきたTTLレベル（5V）を脱して、3.3V以下のレベルが実用化されている。

【0008】一方、ヒートシンクの構成材料としては、単に熱伝導度を考えるのみでなく、半導体基体であるシリコンやGaAsと熱膨張率がほぼ一致し、しかも、熱伝導度の高い材料の選定が必要となってきている。

【0009】ヒートシンク材の改善に関しては、多種多様の報告があり、例えば塑化アルミニウム（A1N）を使用した例や、Cu（鋼）-W（タングステン）を用いた例などがある。A1Nは、熱伝導性と熱膨張率のバランスに優れており、特にSiの熱膨張率とほぼ一致することから、半導体基体としてシリコン基板を用いた半導体装置のヒートシンク材として好適である。

【0010】また、Cu-Wは、Wの低熱膨張率とCuの高熱伝導性を兼ね備えた複合材料であり、しかも、機械加工が容易であることから、複雑な形状を有するヒートシンクの構成材料として好適である。

【0011】また、他の例としては、SiCを主成分とするセラミック基材に金属Cuを20~40体积%の割合で含有させたもの（従来例1：特開平8-279569号公報参照）や、無機物質からなる粉末焼結多孔質体にCuを5~30wt%含浸させたもの（従来例2：特開昭59-228742号公報参照）などが提案されている。

【0012】前記従来例1に係るヒートシンク材は、SiCと金属Cuの圧粉体を形成してヒートシンクを作製するという粉体成形であるため、熱膨張率と熱伝導率はあくまで理説的な値であり、実際の電子部品等で求められる熱膨張率と熱伝導率のバランスを得ることができないという問題がある。

【0013】従来例2は、無機物質からなる粉末焼結多孔質体に含浸されるCuの比率が低く、熱伝導度を高める上で限界が生じるおそれがある。

【0014】本発明はこのような課題を考慮してなされ

たものであり、実際の電子部品（半導体装置を含む）等で求められる熱膨張率と熱伝導率とのバランスに適合した特性を得ることができる複合材料を提供することを目的とする。

【0015】また、本発明の他の目的は、一般に困難とされる多孔質セラミック焼結体への金属の含浸処理を容易に行なうことができ、しかも、多孔質セラミック焼結体への金属の含浸率を向上させることができ、実際の電子部品（半導体装置を含む）等で求められる熱膨張率と熱伝導率とのバランスに適合した特性を有するヒートシンクの生産性を向上させることができる複合材料を提供することにある。

【0016】また、本発明の他の目的は、多孔質セラミック焼結体の表面に酸化皮膜を形成させて、前記酸化皮膜に金属の含浸処理を行なうことで、実際の電子部品（半導体装置を含む）等で求められる熱膨張率と熱伝導率とのバランスに適合した特性を有するヒートシンクの生産性を向上させることができる複合材料を提供することにある。

【0017】また、本発明の他の目的は、潤滑性の向上を図ることができ、摺動材や軸受材等としても活用することができる複合材料を提供することにある。

【0018】

【課題を解決するための手段】まず、ヒートシンク材として最適な特性について説明すると、必要な熱膨張率としては、A1N等のセラミック基板やSi及びGaAs等の半導体基板の熱膨張率と合わせる必要から、室温から200°Cまでの平均熱膨張率として4.0×10⁻⁶/℃~9.0×10⁻⁶/℃の範囲が好適であり、必要な熱伝導率としては、現有的Cu-W材と同等以上の要求を満たす必要から、160W/mK（室温）以上が好適である。

【0019】前記特性を得るために、本発明に係る複合材料は、銅の熱膨張率よりも低い熱膨張率をもつ多孔質体を予備焼成してネットワーク化することによって得られる多孔質セラミック焼結体に銅合金を含浸させて構成し、熱伝導率が160W/mK以上の特性をもつよう銅と添加元素とか調製されていることを特徴とする。

【0020】これにより、多孔質セラミック焼結体と該多孔質セラミック焼結体に含浸される銅合金の比率によって決定される熱膨張（理論値）よりも低い値に膨張を抑えることができ、セラミック基板や半導体基板（シリコン、GaAs）等と熱膨張率がほぼ一致し、熱伝導性のよいヒートシンク材を得ることができる。

【0021】具体的には、室温から200°Cまでの平均熱膨張率が4.0×10⁻⁶/℃~9.0×10⁻⁶/℃で、かつ熱伝導率が160W/mK（室温）以上、好ましくは180W/mK以上であるヒートシンク材を得ることができる。

【0022】また、この複合材料は、多孔質セラミック

焼結体に銅合金が含浸されていることから、高い潤滑性を示すことになり、しかも、比抵抗も低くなることから、摺動材や軸受材等に適用することができる。

【0023】前記添加元素としては、前記鋼に添加することで凝固温度範囲が70°C以上に広がり、かつ、融点が低下するものであることが望ましい。

【0024】ところで、前記多孔質セラミック焼結体に含浸させる金属として、市販の純鋼を用いた場合、熱伝導率が高く良好であるが、多孔質セラミック焼結体（特にSiC）との濡れ性が悪く銅の含浸しない隙孔が残りやすい。その結果、多孔質セラミック焼結体に純鋼を含浸させる際の溶温湯度、加圧時間、冷却時間などの条件が変化すると、熱伝導率が大きく変化し、得られる製品の特性が大きくばらつくことになる。

【0025】そこで、本発明では、銅に炭化物生成元素、酸化物生成元素又は表面活性元素から1種以上の添加元素を添加することにより、含浸率を向上させるようしている。具体的には、銅にBe、Al、Si、Mg、Ti、N、Bi、Zn、Pb、Sn、ミッシュメタルから選択された1種以上の添加元素を含むことが望ましい。特に、Be、Teについては、0.01~3.0%の範囲で効果があり、更に、0.01~2.0%の範囲で調査的な効果がある。

【0026】そして、前記多孔質セラミック焼結体としては、SiC、AlN、Si₃N₄、B₄C、BeOから選ばれた1種以上の化合物からなることが望ましい。

【0027】特に、前記多孔質セラミック焼結体がSiCである場合に、該SiCの気孔率は10v0.1%~70v0.1%であることが望ましい。この場合、前記添加元素のうち、例えばBe、Ti及びミッシュメタルは、SiCとの反応してSiCの表面に安定な炭化物層を生成し、SiC内部においてSiCとCuとの反応を抑制する効果がある。

【0028】また、前記添加元素のうち、例えばBe、Mg、Ti及びミッシュメタルは、SiC表面の酸化物(SiO₂)の酸素と結びつき、安定な酸化物層を生成し、SiC内部においてSiCとCuとの反応を抑制する効果がある。

【0029】また、前記添加元素のうち、例えばSi、Ni、Bi、Te、Zn、Pb、Snは、以下の①~④の効果のいずれかあるいは複合的な効果を示す。

①：SiC表面に集まり、SiCとCuとの反応を抑制する。

②：SiCとCuの濡れ性を変化させて互いの反応を防止する。

③：SiCとCuの濡れ性を変化させてCuの含浸率を向上させる。

④：低融点金属の添加によりCu凝固後にSiC/Cu界面剥離を防止する。

【0030】特に、Te、あるいはTeを含む複数の元素の添加においては、熱伝導率を向上させるという点で効果がある。

【0031】また、本発明に係る複合材料では、上記した構成のほかにも、銅の熱膨張率よりも低い熱膨張率をもつ多孔質体を予備焼成してネットワーク化することによって得られる多孔質セラミック焼結体の表面に酸化皮膜を形成し、前記酸化皮膜に前記鋼と添加元素から調製された銅合金を含浸させることによって、200W/mK以上、より好ましくは220W/mK以上の特性を有する複合材料を得ることができる。

【0032】前記酸化皮膜の形成によって、前記多孔質セラミック焼結体における界面反応を回避することができ、該多孔質セラミック焼結体の熱伝導特性の低下を抑制することが可能となる。

【0033】この場合、前記酸化皮膜に含浸される前記銅合金は、銅の成分に1以上酸化物生成元素又は1以上の表面活性元素から1種以上の添加元素を含むようにすることが望ましい。具体的には、Be、Ca、Mg、Ti、Zr、Bi、Ni、Te、ミッシュメタルから選択された1種以上の添加元素を含むことが望ましい。このうち、Be、Ca、Mg、Ti、Zr、ミッシュメタルは、酸化皮膜の形成を促進させる酸化物生成元素である。また、Bi、Ni、Teは、前記酸化皮膜と銅との濡れ性を改善し、前記酸化皮膜への銅合金の含浸を容易にさせる表面活性元素である。

【0034】また、前記多孔質セラミック焼結体としては、SiC、AlN、Si₃N₄、B₄C、BeOから選ばれた1種以上の化合物からなることが望ましい。特に、前記多孔質セラミック焼結体がSiCである場合に、該SiCの気孔率は10v0.1%~70v0.1%であることが望ましい。

【0035】また、前記酸化皮膜に対する前記銅合金の含浸条件によって、前記酸化皮膜の厚みが変化する。そして、前記含浸条件によって、前記界面反応の抑制に対して最適な酸化皮膜の厚みが決定される。この場合、前記酸化皮膜の厚みは0.01μm~100μmの範囲内であることが望ましい。なお、前記酸化皮膜が厚くなると、前記酸化皮膜が前記多孔質セラミック焼結体と前記銅合金との間の熱障壁となり、本発明に係る複合材料の熱伝導を低下させるおそれがある。

【0036】ここで前記含浸条件とは、前記酸化皮膜に含浸される前記銅合金の溶融温度、前記酸化皮膜と前記銅合金との接触時間、前記銅合金を前記酸化皮膜に含浸させた後に行われる前記多孔質セラミック焼結体の冷却工程で選択される冷却方法、及び前記銅合金に含まれる

添加元素の成分と添加量をいう。

【0037】

【発明の実施の形態】以下、本発明に係る複合材料の実施の形態例（以下、単に実施の形態に係る複合材料と記す）を図1～図27を参照しながら説明する。

【0038】まず、図1に示すように、本実施の形態に係る複合材料にて構成されるヒートシンク10は、半導体装置12におけるバッケージ14の上面に形成された開口16内に埋め込まれ、かつ、その表面が前記半導体装置12の上部に固定された冷却フィン18と接触されるように設置される。

【0039】これにより、半導体装置12内に実装されている半導体素子（チップ）から放出された熱はヒートシンク10を通じて効率よく冷却フィン18に伝達することになる。

【0040】そして、本実施の形態に係る複合材料は、銅の熱膨張率よりも低い熱膨張率をもつ多孔質体を予備焼成してネットワーク化することによって得られる多孔質セラミック焼結体に銅合金が含浸されて構成されている。具体的には、図2に示すように、例えばSiCからなる多孔質セラミック焼結体20の開気孔部（オーバンボア部）に銅合金22が含浸されて構成される。以下の説明では、SiCからなる多孔質セラミック焼結体20を単にSiC20と記す。

【0041】この構成によれば、後述するように、SiC20に該SiC20に含浸される銅合金22の比率によって決定される熱膨張（理論値）よりも低い値に膨張を抑えることができ、電子部品等の基体であるセラミック基板や半導体基板（シリコン、GaAs等）と熱膨張率がほぼ一致し、熱伝導率のよいヒートシンク材を得ることができる。具体的には、室温から200°Cまでの平均熱膨張率が $4.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C} \sim 9.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ で、かつ熱伝導率が 16.0 W/mK （室温）以上であるヒートシンク材を得ることができる。

【0042】この場合、SiC20の気孔率（銅合金22の含浸率とは同じ）としては、 $10\text{v}\% \sim 70\text{v}\% \sim 1\%$ であることが望ましい。気孔率が $10\text{v}\% \sim 1\%$ 未満では、 18.0 W/mK （室温）の熱伝導率を得ることができず、 $70\text{v}\% \sim 1\%$ を超えるとSiC20の強度が低下し、熱膨張率が $9.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 未満に抑えることができない。

【0043】前記SiC20の平均開気孔径（気孔径）の値としては、 $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$ が望ましい。前記気孔径が $0.5 \mu\text{m}$ 未満であると、開気孔内に銅合金22を含浸することが困難になり、熱伝導率が低下する。一方、前記気孔径が $100 \mu\text{m}$ を超えると、SiC20の強度が低下し、熱膨張率を低く抑えることができない。

【0044】また、前記SiC20の平均開気孔に関する分布（気孔分布）としては、 $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$ に 90% 以上分布することが望ましい。 $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$

の気孔が 90% 以上分布していない場合は、銅合金22が含浸していない開気孔が増え、熱伝導率が低下する。

【0045】前記気孔率、気孔径及び気孔分布の測定には、株式会社島津製作所製の自動ボロシーマー（商品名：オートボア9200）を使用した。

【0046】なお、SiC20の曲げ強度としては、 10 MPa 以上、望ましくは 20 MPa 以上、更に望ましくは 30 MPa 以上が望ましい。曲げ強度が 10 MPa より低下すると、熱膨張率が増加するという問題があるからである。

【0047】ここで、1つの実験例を示す。この実験例は、SiC20の気孔率、気孔径、気孔分布を適宜変えて、そのときの熱伝導率と熱膨張率の違いをみたものである。その実験結果を図3の表図に示す。

【0048】この図3において、実験例1～8は、含浸材を銅とし、気孔率、気孔径及び気孔分布をそれぞれ所定範囲内において変化させた場合を示し、実験例9は含浸材としてBeを 0.5 wt\% 、Cuを残部とする銅合金とし、気孔率、気孔径及び気孔分布をそれぞれ所定範囲内とした場合を示す。比較例1は含浸材を銅とし、気孔率を前記所定範囲から逸脱させた場合を示し、比較例2は含浸材を銅とし、気孔率と気孔分布をそれぞれ前記所定範囲から逸脱させた場合を示し、比較例3は含浸材を銅とし、気孔径と気孔分布をそれぞれ前記所定範囲から逸脱させた場合を示す。

【0049】この実験結果から、実験例1～9はいずれも熱伝導率= 18.0 W/mK （室温）以上を満足し、熱膨張率= $4.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C} \sim 9.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ を満足している。なお、熱膨張率は室温～ 200°C までの平均値である。

【0050】一方、比較例1は、気孔率が前記所定範囲よりも下回った値となっていることから、銅の含浸率が低くなり、それに伴って熱伝導率も 1.6 W/mK と低くなっている。また、比較例2は、気孔率が前記所定範囲よりも上回った値となっていることから、銅の含浸率が高くなっていることから、銅の含浸率が 3.25 W/mK と高くなっているが、SiC20の強度がその分低くなっている、熱膨張率は $12.4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と高くなっている。

【0051】横軸に熱伝導率をとり、縦軸に熱膨張率をとって、実験例1～8の結果をプロットすると、SiC20に銅を含浸させた場合の特性は、図4の曲線aに示すような特性になると予想される。図4において、曲線bはSiC20とアルミニウムを粉末成形した場合の理論値を示し、曲線cはSiC20と銅を粉末成形した場合の理論値を示し、曲線dはSiC20にアルミニウムを含浸させた場合の実測値を示す。

【0052】また、図4において領域A（一点鎖線の長円で示す範囲）は、従来からヒートシンク材として使用されてきたCu-Wの特性領域を示すものであるが、前記実験例6～8は、図3に示すように、前記Cu-Wの

特性よりも良好な特性を有していることがわかる。それは、実施例6～8はいずれも熱膨張率の範囲がCu-Wとほぼ同じで、熱伝導率の範囲がCu-Wよりも高いものとなっており、ヒートシンク材として最適な鋼板B（破線の長方形で示す特性範囲）に入っているからである。従って、SiC20の気孔率、気孔径及び気孔分布を最適化することにより、複合材料の特性をヒートシンク材として最適な特性範囲に集めることができる。

【0053】次に、第1及び第2の実施の形態に係る製造方法について図5～図5を参照しながら説明する。この第1及び第2の実施の形態に係る製造方法は共に、大きく分けて含浸工程と冷却工程とからなる。含浸工程は、基材となるSiC20と鋼合金とを、互いに接触させない状態で加熱し、所定温度に達した段階で両者を接触させてどちらに高圧力を付与して、前記鋼合金を前記SiC20中に含浸させる工程であり、冷却工程は、前記鋼合金が含浸された前記SiC20を冷却する工程である。

【0054】まず、第1の実施の形態に係る製造方法は、具体的には図5A及び図5Bにその一例を示すように、高圧容器30を使用することによって行われる。この高圧容器30は、角筒状の筐体32における両側板34及び36のほぼ中央部分にそれぞれ回転軸38が設けられて、該回軸38を中心として筐体32自体が回転できるようになっている。

【0055】筐体32内には、耐火容器40と該耐火容器40を加熱するためのヒータ42が設けられている。耐火容器40は、中空部44を有する角筒状の形状を有し、1つの側面における高さ方向中央部分に中空部44に通連する開口46が設けられている。中空部44のうち、開口46を中心として一方の中空部（以下、第1室44aを記す）には、含浸材料である鋼合金22の塊、あるいは鋼合金22の溶融金属が収容されるようになっている。他方の中空部（以下、第2室44bを記す）は、被含浸試料であるSiC20が複数取り付けられるようになっており、第2室44bが上方に位置した際にも、SiC20が落下しないようにSiC20の支持機構が設けられている。なお、ヒータ42は、1.00kgf/cm²の高圧力下でも破壊されない構造とされている。

【0056】また、前記高圧容器30には、真空引きのための吸気管48と、高圧力付与のためのガス及び冷却用ガスの導入管50及び導出管52が設けられている。

【0057】次に、前記高圧容器30を用いた含浸工程と冷却工程について図6を参照しながら説明する。含浸工程は、以下の工程を踏むことにより行われる。

【0058】まず、高圧容器30を初期状態にして、高圧容器30内に設けられている耐火容器40の第1室44aを下方に位置させる（ステップS1）。

【0059】その後、SiC20と鋼合金22の塊を高

圧容器30の耐火容器40内に入れ、鋼合金22の塊を耐火容器40の第1室44a内に配置し、SiC20を第2室44bにセットする（ステップS2）。その後、高圧容器30（及び耐火容器40）を密閉した後、吸気管48を通じて高圧容器30内の真空引きを行って該高圧容器30内を真空状態にする（ステップS3）。

【0060】その後、ヒータ42に通電して第1室44aの鋼合金22を加熱溶解する（ステップS4）。以下の説明では、加熱溶解された鋼合金22を便宜的に「溶融鋼」と記す。

【0061】その後、第1室44a内の溶融鋼が所定温度に達した段階で、高圧容器30を180°転回させる（ステップS5）。この転回動作によって、第1室44aが上方に位置することから、第1室44a内の溶融鋼は、自重によって下方に位置する第2室44b内に落下し、この段階で、溶融鋼はSiC20が浸された状態となる。

【0062】その後、ガス導入管50を通じて高圧容器30内に含浸用ガスを導入して、該高圧容器30内を加圧する（ステップS6）。この加圧処理によって、前記溶融鋼はSiC20の開気孔部中に含浸することとなる。

【0063】前記含浸工程が終了した時点で直ちに冷却工程に移行する。この冷却工程は、まず、前記高圧容器30を再び180°転回させる（ステップS7）。この転回動作によって、第1室44aが下方に位置することから、第2室44b内の溶融鋼は、再び第1室44a内に落下することになる。前記ステップS6での加圧処理（含浸処理）によって、溶融鋼の一部がSiC20の開気孔中に含浸されていることから、下方に位置する第1室44aに落下する溶融鋼はSiC20に含浸されなかった残存溶融鋼である。残存溶融鋼が第1室44a内に落下した段階で、第2室44bには溶融鋼が含浸されたSiC20が残ることとなる。

【0064】その後、ガス導出管52を通じて高圧容器30内の含浸用ガスを排気する。同時に、ガス導入管50を通じて冷却用ガスを高圧容器30内に導入する（ステップS8）。この含浸用ガスの排気と冷却用ガスの導入によって、冷却用ガスが高圧容器30内を満遍なく循環し、高圧容器30は急速に冷却される。この速やかな冷却によって、前記SiC20に含浸された溶融鋼が、急速に鋼合金22の塊に固化して体積膨張することから、含浸された鋼合金22はSiC20に強固に保持される。

【0065】他の冷却工程としては、図6において一点錆線の枠内に示すように、前記ステップS7での処理が終了した段階で、高圧容器30、あるいは溶融鋼が含浸されたSiC20を冷やし金に接触させる（ステップS9）。この冷やし金への接触によってSiC20は急速に冷却されることになる。この冷却過程においては、冷

やし金を水冷しながら行うようにてもよいし、冷やし金を加熱体から離れた場所に設置して行うようにしてもよい。特に、押湯効果を考えて冷却した方がよい。

【0066】このように、前記含浸工程及び冷却工程を踏むことにより、一般に困難とされるSiC20への銅合金22の含浸処理を容易に行うことができ、しかも、SiC20への銅合金22の含浸率を向上させることができ、実際の電子部品(半導体装置を含む)等で求められる熱耐張率と熱伝導率とのバランスに適合した特性、即ち、室温から200°Cまでの平均熱耐張率が4.0×10⁻⁶/°C～9.0×10⁻⁶/°Cで、かつ熱伝導率が16.0W/mK(室温)以上を有するヒートシンク10の生産性を向上させることができる。

【0067】前記ステップS4において、ヒータ42に通電して第1室44aの銅合金22を加熱溶解する場合に、ステップS5に移行する所定温度(加熱温度)は、銅合金22の融点より30°C～250°C高い温度がよく、好ましくは前記融点より50°C～200°C高い温度がほしい。この場合、高圧容器30内を1×10⁻³Torr以下の真空中にしておくことが好ましい。

【0068】また、前記ステップS6において、高圧容器30内に含浸用ガスを導入することによって高圧容器30に付与する圧力としては、10kgf/cm²以上、1000kgf/cm²以下とする。この場合、50kgf/cm²以上、200kgf/cm²以下が好ましく、より好ましくは100kgf/cm²以上、150kgf/cm²以下である。

【0069】また、高圧容器30への圧力の付与時間は1秒以上、6.0秒以下がよく、望ましくは1秒以上、3.0秒以下が好ましい。

【0070】なお、SiC20の気孔としては、上述したように、平均直径が5μm～50μmのものが90%以上存在し、かつ、気孔率が10vol%～70vol%であることが望ましい。

【0071】そして、SiC20と銅合金22との濡れ性の向上を図って、SiC20に予め1～10vol%、望ましくは3～5vol%のNiめっきを施すことが好ましい。この場合、低圧での含浸を実現させることができる。Niめっきとしては、予熱時に溶融しないめっき処理が望ましく、例えばNi-P-WのめっきやNi-B-Wのめっき等が含まれる。

【0072】また、SiC20と銅合金22との濡れ性の向上を図って、SiC20に予めSiを1～10vol%含浸、望ましくは3～5vol%含浸させることができ。この場合も低圧での含浸を実現させることができる。

【0073】そして、前記SiC20に予め1～10vol%のNiめっきを施す、あるいは、予めSiを1～10vol%含浸させることに関連して、SiC20に予めバラジウムめっきを施すようにしてもよい。この場

合、前記バラジウムめっきに加えて、NiやSiとの複合めっき処理も可能である。

【0074】一方、冷却工程における冷却速度は、含浸時の温度から800°Cまでの期間において、-400°C/時間以上とすることが好ましく、より好ましくは-800°C/時間以上が望ましい。

【0075】前記ステップS6において、高圧容器30に付与する圧力は、SiC20の開気孔部に銅合金22を完全に含浸させるために必要な圧力である。この場合、SiC20に銅合金22が含浸されていない開気孔が残存すると、熱伝導率を著しく阻害するため、高い圧力を付与することが必要となる。

【0076】この圧力はその概略をWashburnの式によって推定できるが、気孔径が小さいほど大きな力を必要とする。例えば、0.1μmのとき400kgf/cm²、1.0μmのとき40kgf/cm²、10μmのとき4kgf/cm²の圧力をそれぞれ必要とする。

【0077】また、SiC20と銅合金22は高温において反応が生じ、該SiC20がSi1とCに分解されて本来の機能が発揮されなくなる。このため、SiC20と銅合金22とが高温で直接接触する時間を短縮することが必要である。第1の処理条件(高圧容器30に付与する圧力=10kgf/cm²以上、1000kgf/cm²以下)、第2の処理条件(加熱温度=銅合金22の融点より30°C～250°C高い温度)又は第3の処理条件(SiC20に予め1～10vol%のNiめっきを施す)を満足させることにより、SiC20と銅合金22との接触時間を短くすることができるため、前記のようなSiC20の分解反応を事前に回避することができる。

【0078】また、SiC20と銅合金22とは濡れ性が悪いことから、銅合金22を十分に含浸させるには高圧力をかけることが必要である。第3の処理条件(SiC20に予め1～10vol%のNiめっきを施す)、又は第4の処理条件(SiC20に予めSiを1～10vol%含浸させる)を行うことによりSiC20の気孔表面が改質され、SiC20と銅合金22との濡れ性が良好となるため、より低圧力でより細かい気孔にまで銅合金22を含浸させることができる。

【0079】ここで、1つの実験例を示す。この実験例は、SiC20の気孔率、気孔径、Niめっきの有無、Si含浸の有無、含浸温度、加圧力、加圧時間、冷却速度を適宜変えて、そのときのSiC/Cuの反応状況とCuの含浸状況の違いをみたものである。その実験結果を図7の表団に示す。この図7において、SiC/Cuの反応状況は、SiC20とCuとの間に形成された反応層の厚み(平均値)によって決定させた。その決定条件は、以下の通りである。また、この決定条件の根拠は、SiC20とCuとの間に5μm以上の反応層が生

じると、SiC20とCu間の熱伝達が悪化し、半導体ヒートシンク用複合材料とした場合の熱伝導が低下する

- ・反応層の厚み（平均）が1μm以下 → 「反応無し」
- ・反応層の厚み（平均）が1μmを超える5μm以下 → 「反応少」
- ・反応層の厚み（平均）が5μmを超える → 「反応大」

【0080】この実験結果から、SiC20の気孔率、気孔径、含浸温度、加圧力、加圧時間及び冷却速度についてそれぞれ所定範囲を満足するもの（サンプル3、7、8、11及び12）については、いずれもSiC/Cuの反応状況が「反応無し」で、かつCuの含浸状況が良好となっており、良好な結果が得られている。

【0081】これらサンプルのうち、サンプル3、7、11及び12については、NiめっきあるいはSi含浸を行っているため、Cuとの濡れ性が良好となり、加圧時間と短くしても前記のように良好な結果が得られた。

【0082】一方、加圧力が前記所定範囲よりも低い8kgf/cm²であるサンプル1、5及び9については、Cuの含浸状況がいずれも不十分となっており、これらサンプルのうち、加圧時間が長いもの（サンプル1及び5）については、SiC/Cuの反応状況が「反応大」となっている。

【0083】なお、サンプル6について、SiC/Cuの反応状況が「反応少」にも拘わらず含浸状況が不十分となっているのは、気孔率及び気孔径がそれぞれ所定範囲を満たしていないからと考えられ、サンプル14について、含浸状況が良好にも拘わらずSiC/Cuの反応状況が「反応大」となっているのは、気孔径が所定範囲よりも大きく、加圧時間が比較的長いからと考えられる。

【0084】ところで、銅合金22との濡れ性が良好となるSi含浸のSiC（Si-SiC焼結体）としては、例えば2~25wt%のSiと75~98wt%のSiCを主成分として含有してなるSi-SiC焼結体を用いることができる。このSi-SiC焼結体を得るには、主相100重量部に対して、Al1不純物を0.2重量部以下、SiO₂を3.0重量部以下にそれぞれ制御すると共に、主相100重量部に対して不純物全体の量を0.4~4.2重量部に制御することが好ましい。

【0085】具体的に、前記Si-SiC焼結体の作製方法について簡単に説明すると、まず、成形用原料としては、SiC粉末、カーボン粉末、有機質バインダー及び水分又は有機溶剤を含有した原料を用いる。

【0086】そして、前記成形用原料を混練し、所定の形状に成形して成形体を作製する。次いで、この成形体を金属シリコン雰囲気下で、減圧の不活性ガス雰囲気又は真空中に置き、成形体中に金属シリコンを含浸させて

からである。

Si-SiC焼結体を製造する。

【0087】前記成形法としては、プレス成形、流し込み成形、押し出し成形のいずれも可能であるが、量産性の観点からプレス成形が好ましい。加圧方式としては油圧プレスが好ましく、この場合の油圧プレスは、通常50~20000kg/cm²である。

【0088】次に、第1の実施の形態に係る製造方法の含浸工程について、いくつかの変形例を図8及び図9を参照しながら説明する。

【0089】第1の変形例に係る含浸工程は、図8に示すように、まず、高圧容器30を初期状態にして、高圧容器30内に設けられている耐火容器40の第1室44aを下方に位置させる（ステップS101）。

【0090】その後、SiC20を第2室44bにセッティし、予め溶融された銅合金（溶融銅）22を第1室44a内に流し込む（ステップS102）。

【0091】その後、第1室44a内の溶融銅が所定温度に達した段階で、高圧容器30を180°転回させる（ステップS103）。この転回動作によって、第1室44a内の溶融銅が下方に位置する第2室44bに落下し、この段階で、溶融銅にSiC20が浸された状態となる。

【0092】その後、ガス導入管50を通じて高圧容器30内に含浸用ガスを導入して、該高圧容器30内を加圧する（ステップS104）。この加圧処理によって、前記溶融銅はSiC20の開気孔部に含浸することとなる。

【0093】次に、第2の変形例に係る含浸工程について説明すると、この第2の変形例に係る含浸工程は、高圧容器30内に設置されている耐火容器40の中央部に、多孔質セラミック材からなる仕切板（図示せず）が設けられた高圧容器30を用いる。耐火容器40内は、前記仕切板によって第1室44aと第2室44bとに仕切られることになる。

【0094】前記仕切板としては、気孔率が40%~90%で、かつ気孔径が0.5mm~3.0mmである多孔質セラミック材を用いることが望ましく、より好ましくは気孔率が70%~85%で、かつ気孔径が1.0mm~2.0mmである多孔質セラミック材を用いることが望ましい。

【0095】そして、この第2の変形例に係る含浸工程は、図9に示すように、まず、高圧容器を初期状態にして、高圧容器内に設けられている耐火容器40の第1室44aを下方に、第2室44bを上方に位置させる（ステップS201）。

【0096】その後、S i C 20と銅合金22の塊を高圧容器30の耐火容器40内に入れ、銅合金22の塊を上方に位置する第2室44b内に配置し、S i C 20を下方に位置する第1室44aにセットする（ステップS 202）。

【0097】その後、高圧容器30（及び耐火容器40）を密封した後、吸気管48を通じて高圧容器30内の真空引きを行って該高圧容器30内を負圧状態にする（ステップS 203）。

【0098】その後、ヒータ42に通電して第2室44bの銅合金22を加熱溶解する（ステップS 204）。前記溶融銅が所定温度に達した段階で、ガス導入管50を通じて高圧容器30内に含浸用ガスを導入して、該高圧容器30内を加圧する（ステップS 205）。この加圧処理によって、上方に位置する第2室44b内の溶融銅は、仕切板を通して、下方に位置する第1室44a内のS i C 20の開気孔部に含浸されることになる。

【0099】次に、第2の実施の形態に係る製造方法について、図10～図15を参照しながら説明する。

【0100】この第2の実施の形態に係る製造方法は、具体的には図10にそなえ示すように、ホットプレス炉60を使用することによって行われる。このホットプレス炉60は、筒状の筐体62内に、基台を兼ねる下パンチ64と、該下パンチ64上に固定された上面開口の耐火容器66と、該耐火容器66内に上方から退出自在とされた上パンチ68と、前記耐火容器66を加熱するためのヒータ70が設けられている。なお、このホットプレス炉60には、真空引きのための吸気管72が設けられている。

【0101】前記耐火容器66は、中空部74を有する筒状の形状を有する。上パンチ68は、その側面に、該上パンチ68の行程（ストローク）を決定するフランジ部76が設けられ、該フランジ部76の下面には、前記耐火容器66の上面と接触して耐火容器66を密閉状態にするためのパッキン78が取り付けられている。一方、下パンチ64の内部には、耐火容器66内を加熱するための加熱用流体や耐火容器66内を冷却するための冷却用流体を流通させる通路80が設けられている。

【0102】そして、第2の実施の形態に係る製造方法は、図11に示す工程を踏むことにより行われる。

【0103】まず、耐火容器66の中空部74内に、下からS i C 20、多孔質セラミック製のフィルタ54、銅合金22の塊の順で投入する（ステップS 301）。フィルタ54としては、気孔率が40%～90%で、かつ気孔径が0.5 mm～3.0 mmである多孔質セラミック材を用いることが望ましく、より好ましくは気孔率が70%～85%で、かつ気孔径が1.0 mm～2.0 mmである多孔質セラミック材を用いることが望ましい。

【0104】また、前記フィルタ54は、S i C 20と

銅合金22の塊と仕切って両者を非接触状態におく仕切板としての機能を果たし、中空部74のうち、フィルタ54上の銅合金22の塊がセットされた部分を上室74a、フィルタ54下のS i C 20がセットされた部分を下室74bとして定義することができる。

【0105】次に、耐火容器66を密封した後、吸気管72を通じて耐火容器66内の真空引きを行って該耐火容器66の両室74a及び74b内を負圧状態にする（ステップS 302）。

【0106】その後、ヒータ70に通電して上室74a内の銅合金22を加熱溶解する（ステップS 303）。このとき、前記ヒータ70への通電と併せて下パンチ64の通路80内に加熱用流体を流して耐火容器66の内部を加熱するようにしてよい。

【0107】上室74a内の銅合金22の溶解物（溶融銅）が所定温度に達した段階で、上パンチ68を下方に移動させて上室74a内を所定圧まで加圧する（ステップS 304）。このとき、上パンチ68のフランジ部76に取り付けられたパッキン78と耐火容器66の上面面との接触及び互いの押圧により、耐火容器66が密封され、内部の溶融銅が耐火容器66の外に漏れるという不整合が有効に防止される。

【0108】所定圧になった上室74a内の銅合金22の溶解物（溶融銅）は上室74a内の圧力によってフィルタ54を通して下室74b側に押し出されて該下室74b内に導入されると同時に、該下室74b内に設置されたS i C 20に含浸される。

【0109】時間管理によって予め設定されている終点（S i C 20内への溶融銅の含浸が飽和状態とされた時点）となった段階において、今度は、下パンチ64内の通路80に冷却用流体を流して耐火容器66を下方から上方に向かって冷却させることにより（ステップS 305）、S i C 20に含浸された溶融銅を凝固させる。凝固が完了するまで上パンチ68と下パンチ64による耐火容器66内の加圧状態は保持される。

【0110】凝固が完了した時点で、銅合金22が含浸されたS i C 20を耐火容器66から取り出す（ステップS 306）。

【0111】この製造方法においては、S i C 20と銅合金22とを十分に脱気しつつ加熱し、銅合金22を溶融した後、速やかにS i C 20に接触させ、かつ、これらを加圧状態とし、更にその加圧状態を冷却操作完了時まで保持するようにしたので、S i C 20に銅合金22を効率的に含浸することができる。前記行程は含浸処理を負圧下で行うようにしたが、常圧下で行ってもよい。

【0112】このように、溶融銅とS i C 20を共に加圧下において後に、互いに接触させて、含浸処理を行うようにしたので、両者を接触させる際の圧力低下を最小限にすることことができ、含浸処理時における加圧状態を良好に保持させることができる。

【0113】前記例では、溶融銅の漏れを防止するため、上パンチ68におけるフランジ部76の下面にパッキン78を設けるようにしたが、図10中、二点鎖線で示すように、耐火容器66の上平面にパッキン78を設けるようにしてよい。また、図12Aに示すように、リング状の剖型パッキン100を2枚重ねにしたパッキン部材102を、図13に示すように、上パンチ68の下部に設けるようにしてよい。この場合、パッキン部材102の中空部104に溶融銅が入り込むことにより各剖型パッキン100の直径が拡大し、結果的に上室74aが密封されて溶融銅の漏れが防止されることになる。

【0114】次に、第2の実施の形態に係る製造方法の変形例について図14及び図15を参照しながら説明する。なお、図10と対応するものについては同符号を付してその重複説明を省略する。

【0115】この変形例に係る製造方法においては、ホットプレス炉60として、図14に示すように、耐火容器66における中空部74の高さ方向中央部に多孔質セラミックスにて構成されたフィルタ部材110が囲まれ、下室74bの側面に扉112が開閉自在に取り付けられたものが使用される。従て、耐火容器66の中空部74のうち、フィルタ部材110よりも上の部分が上室74aとなり、フィルタ部材110よりも下の部分が下室74bとなる。特に、下室74bに取り付けられた扉112に関しては、該扉112を閉じたときに下室74bが密封されるよう構造が採用される。

【0116】そして、この変形例に係る製造方法は、図15に示す工程を踏むことにより行われる。

【0117】まず、耐火容器66の上室74a内に銅合金22の塊を投入し、下室74bの扉112を開いて該下室74b内にSIC20を投入する(ステップS401)。

【0118】次に、扉112を閉じて下室74bを密封し、更にホットプレス炉60を密封した後、吸気管72を通じて耐火容器66内の真空引きを行って該耐火容器66の両室74a及び74b内を負圧状態にする(ステップS402)。

【0119】その後、ヒータ70に通電して上室74a内の銅合金22を加熱溶解する(ステップS403)。この場合も前記ヒータ70への通電と併せて下パンチ64の通路80内に加熱用流体を流して耐火容器66の内部を加熱するようにしてよい。

【0120】上室74a内の銅合金22の溶解物(溶融銅)が所定温度に達した段階で、上パンチ68を下方に移動させて上室74a内を所定圧まで加圧する(ステップS404)。

【0121】所定圧になった上室74a内の銅合金22の溶解物(溶融銅)は上室74a内の圧力によってフィルタ部材110を通して下室74b側に押し出されて該

下室74b内に導入されると同時に、該下室74b内に設置されたSIC20に含浸される。

【0122】時間管理によって予め設定されている終点となった段階において、今度は、下パンチ64内の通路80に冷却用流体を流して耐火容器66を下方から上方に向かって冷却させることにより(ステップS405)、SIC20に含浸された溶融銅を凝固させる。

【0123】凝固が完了した時点で、銅合金22が含浸されたSIC20を耐火容器66から取り出す(ステップS406)。

【0124】この変形例に係る製造方法においても、第2の実施の形態に係る製造方法と同様に、SIC20に銅合金22を効率的に含浸することができる。また、この変形例でも、溶融銅とSIC20を共に加圧下において後に、互いに接触させて、含浸処理を行うようにしているため、両者を接触させる際の圧力低下を最小限にすることができる、含浸処理における加圧状態を良好に保持させることができる。なお、この変形例では、負圧下で含浸処理を行なうようにしたが、常圧下で行ってもよい。

【0125】次に、第3の実施の形態に係る製造方法について、図16及び図17を参照しながら説明する。なお、図10と対応するものについては同符号を記してその重複説明を省略する。

【0126】この第3の実施の形態に係る製造方法は、前記第2の実施の形態に係る製造方法と原理的にはほぼ同じであるが、含浸工程において、SIC20と銅合金22を負圧下又は常圧下で接触させ、加熱処理して前記銅合金22を溶融する点で異なる。

【0127】具体的には、図16に示すように、第2の実施の形態に係る製造方法にて使用されるホットプレス炉60の耐火容器66内にフィルタ54を投入せずに、下からSIC20、銅合金22の順に投入する点で異なる。

【0128】そして、第3の実施の形態に係る製造方法は、図17に示す工程を踏むことにより行われる。

【0129】まず、耐火容器66の中空部74内に、下からSIC20、銅合金22の塊の順に投入する(ステップS501)。

【0130】次に、ホットプレス炉60を密封した後、吸気管72を通じて耐火容器66内の真空引きを行って該耐火容器66内を負圧状態にする(ステップS502)。その後、ヒータ70に通電して耐火容器66内の銅合金22を加熱溶解する(ステップS503)。このとき、前記ヒータ70への通電と併せて下パンチ64の通路80内に加熱用流体を流して耐火容器66の内部を加熱するようにしてよい。

【0131】耐火容器66内の銅合金22の溶解物(溶融銅)が所定温度に達した段階で、上パンチ68を下方に移動させて耐火容器66内を所定圧まで加圧する(ス

ステップS504)。

【0132】所定圧になった銅合金22の溶解物(溶融銅)は耐火容器6内の圧力によってSiC20に含浸される。

【0133】時間管理によって予め設定されている終点(SiC20内への溶融銅の含浸が飽和状態とされた時点)となった段階において、今度は、下ハンチ64内の通路80に冷却用流体を流して耐火容器6を下方から上方に向かって冷却することにより(ステップS505)、SiC20に含浸された溶融銅を凝固させる。凝固が完了するまで上ハンチ68と下ハンチ64による耐火容器6内の加圧状態は保持される。

【0134】凝固が完了した時点で、銅合金22が含浸されたSiC20を耐火容器6から取り出す(ステップS506)。

【0135】この第3の実施の形態に係る製造方法においても、SiC20と銅合金22とを十分に脱気しつつ加熱し、銅合金22とSiC20とを接触させた状態で銅合金22を溶融した後、耐火容器6内を加圧状態とし、更にその加圧状態を冷却操作完了時まで保持するようにしたので、SiC20に銅合金22を効率的に含浸することができる。

【0136】ところで、SiC20に含浸させる金属として市販の純銅を用いた場合、熱伝導率が高く良好であるが、SiC20との濡れ性が悪く、銅の含浸しない開気孔が残りやすい。その結果、SiC20に純銅を含浸させる際の溶湯温度、加圧時間、冷却時間などの条件が変化すると、熱伝導率が大きく変化し、得られる製品の特性が大きくばらついてしまう。

【0137】そこで、本実施の形態では、銅にBe、Al、Si、Mg、Ti、Ni等を添加することにより含浸率を向上させるようしている。この場合、前記添加元素の量が5%よりも熱伝導率の低下が大きくなり、添加による効果を得ることができなくなるため、SiC20に含浸される銅合金22は、銅の成分に5%までの範囲で、Be、Al、Si、Mg、Ti、Ni、Bi、Te、Zn、Pb、Sn、ミッシュメタルから選択された1種以上の添加元素を含んでいることが好ましい。もちろん、Ag、Cd、Zn、Au、Pd、In、Ga、Pt、Cr、Ge、Rh、Sb、Ir、Co、As、Zr、Fe、Sn、Mn、P、Pb、Nd、Ca等の不可避の不純物、ガス成分を含んでいてもよい。

【0138】前記添加元素のうち、例えばBe、Ti及びミッシュメタルは、SiC20のCと反応してSiC20の表面に安定な炭化物層(例えばTi炭化物)を生成し、SiC20の内部においてSiC20とCuとの反応を抑制する効果がある。つまり、前記添加元素Be、Ti及びミッシュメタルは、炭化物生成元素としての機能を有する。

【0139】また、前記添加元素のうち、例えばBe、

Mg、Ti及びミッシュメタルは、SiC20表面の酸化物(SiO₂)の酸素と結びつき、安定な酸化物層(例えばTi酸化物)を生成し、SiC20の内部においてSiC20とCuとの反応を抑制する効果がある。つまり、前記添加元素Be、Mg、Ti及びミッシュメタルは、酸化物生成元素としての機能を有する。

【0140】また、前記添加元素のうち、例えばSi、Ni、Bi、Te、Zn、Pb、Snは、以下の①～④の効果のいずれかあるいは複合的な効果を示し、界面活性元素として機能する。

①：SiC20の表面に集まり、SiC20とCuとの反応を抑制する。

②：SiC20とCuの濡れ性を変化させて互いの反応を防止する。

③：SiC20とCuの濡れ性を変化させてCuの含浸率を向上させる。

④：低融点金属の添加によりCu凝固後にSiC/Cu界面剥離を防止する。

【0141】特に、Te、あるいはTeを含む複合元素においては、熱伝導率を向上させるという点で効果がある。

【0142】ここで、6つの実験例(第1～第6の実験例と記す)を示す。第1の実験例は、多孔質セラミック焼結体をSiC20とし、このSiC20に含浸する金属をそれぞれ変えたときの熱伝導率のばらつきをみたものであり、第2の実験例は、多孔質セラミック焼結体をAlNとし、このAlNに含浸する金属をそれぞれ変えたときの熱伝導率のばらつきをみたものである。

【0143】これら第1及び第2の実験例における含浸条件は、

溶湯温度(溶融金属の温度)=1200°C

浸漬保持時間=90秒

接触時間(昇圧+保持)=120秒

冷却方法：間接水冷コイル冷却(図17のステップS505参照)

である。ここで、浸漬保持時間は、多孔質セラミック焼結体を溶湯(溶融金属)に浸漬した後、昇圧開始までに要した時間を示し、接触時間は、溶湯(溶融金属)が多孔質セラミック焼結体に直接接触した時間、即ち、昇圧開始から冷却開始までの時間を示す。

【0144】前記第1及び第2の実験例の実験結果をそれぞれ図18及び図19に示す。これらの実験結果から、純銅(実験例1及び21参照)を含浸させるよりも銅合金を含浸させる方が熱伝導率が高く(好ましい値である16.0W/mKよりも高い)、しかも熱伝導率に関するばらつきが低くなっている(実験例12～14並びに実験例22～24参照)。

【0145】また、添加元素の量を銅に対して1.5%とした場合(実験例14及び24)よりも2.0%とした場合の方がばらつきが低くなっていることがわかる(実

施例1及び13並びに実施例22及び23参照)。

【0146】第3の実験例は、SiC20に含浸する金属を純銅(Cu)とし、それぞれ冷却方法を変えたときの熱伝導率のばらつきをみたものである。この第3の実験例における含浸条件は、

溶湯温度=1200°C

浸漬保持時間=90秒

接触時間(昇圧+保持)=120秒

である。

【0147】実験結果を図20に示す。この実験結果から、冷却速度の早いガス冷却(実施例3:図6のステップS8参照)の場合、熱伝導率が向上し、しかも、ばらつきも小さくなっていることがわかる。

【0148】第4の実験例は、上述した第1~第3の実験例を行っている過程において、接触時間に対する熱伝導率の変化をみたものである。実験結果を図21に示す。この実験結果から、熱伝導率160W/mKを保持するには、1200°Cの溶湯で約5秒以下(曲線a参照)、1170°Cの溶湯で約60秒以下(曲線b参照)、1240°Cの溶湯で約3秒以下(曲線c参照)の接触時間が必要であることがわかる。

【0149】溶湯温度は低い方が望ましいが、浸漬後の引き上げ不良等が発生しないようなレベルでの設定が必要である。

【0150】第5の実験例は、上述した第1~第3の実験例を行っている過程において、浸漬保持時間に対する熱伝導率の変化をみたものである。この第5の実験例における含浸条件は、

溶湯温度=1200°C

接触時間(昇圧+保持)=20秒

冷却方法: チルプレート方式(冷やし金: 図6のステップS9参照)

である。

【0151】実験結果を図22に示す。この実験結果から、熱伝導率をY、浸漬保持時間をXとしたとき、以下の関係式

$$Y = -0.3X + 210$$

が成立することがわかる。但し、浸漬保持時間の範囲は、1秒~150秒である。

【0152】第6の実験例は、多孔質セラミック焼結体をSiC20とし、このSiC20に含浸する銅合金22に含まれる添加元素を変えたときの熱伝導率の変化をみたものである。実験結果を図23A~図26に示す。図23A~図23C及び図25は、気孔率が20vol%のSiC20に含浸する銅合金に含まれる添加元素を変えたときの熱伝導率の変化をみたものであり、図24A~図24C及び図26は、気孔率が30vol%のSiC20に対するものである。

【0153】図23A~図26において、MMはミックステタルを示し、熱伝導率MAX及び熱伝導率min

は、添加元素の添加量に拘わらず、その合金系の熱伝導率の最高値及び最低値を示す。同様に、熱伝導率AVEは、添加元素の添加量に拘わらず、その合金系の熱伝導率の平均値を示す。

【0154】また、図25は、気孔率が20vol%のSiC20に対する実験結果(図23A~図23C参照)を棒グラフで表したものであり、図26は、気孔率が30vol%のSiC20に対する実験結果(図24A~図24C参照)を棒グラフで表したものである。

【0155】図23A~図26の結果から、TeあるいはTeを含む複合元素を添加した場合、純銅の場合よりも熱伝導率の平均値が大きく、特に、Teを添加した場合、熱伝導率の最高値が顕著に大きくなっている。

【0156】また、図23A~図23C及び図25に示すように、気孔率が20vol%のSiC20について、は、TeBi、TeNi、TePb、TeSn、TeZrを添加した場合、それぞれ熱伝導率の最高値、平均値及び最低値が近接しており、ばらつきがほとんどないことがわかる。

【0157】これは、気孔率が30vol%のSiC20についても同様であり、図24A~図24C及び図26に示すように、TeBi、TeNi、TePbを添加した場合も、それぞれ熱伝導率の最高値、平均値及び最低値においてばらつきがほとんどないことがわかる。

【0158】これは、ロット毎の熱伝導率のばらつきがほとんどないことにつながり、本実施の形態に係る複合材料を用いた製品の歩留まりの向上が図ることができる。

【0159】また、被含浸材料である多孔質セラミック焼結体としてSiC20を用いたが、曲げ強度が10MPa以上の多孔質セラミック焼結体であればSiC20に限らず、例えば、AIN、Si₃N₄、Be₄CやBeOを用いることができる。

【0160】次に、本実施の形態に係る複合材料の変形例は、図27に示すように、SiC20の表面に酸化物(SiO₂)からなる酸化皮膜82を形成し、酸化皮膜82に銅合金84を含浸させることで構成されている。この複合材料においても、200W/mK以上により好ましくは220W/mK以上の特性を有する複合材料を得ることができる。この場合、酸化皮膜82は、SiC20と酸素(O)とが反応して生成されたものである。

【0161】また、銅合金84は、銅の成分に1以上の酸化物生成元素又は1以上の表面活性元素から1種以上の添加元素が含まれたものである。この場合、Be、Ca、Mg、Ti、Zr、Bi、Ni、Te、ミックステタルから選択された1種以上の元素を、前記添加元素とすることが望ましい。このうち、Be、Ca、Mg、Ti、Zr、ミックステタルは、酸化皮膜82中の酸素(O)と結合することによって、酸化皮膜82と銅合金84との界面の瞬間、及び、酸化皮膜82と図1に示す

銅合金22との界面の隙間を埋める酸化物生成元素である。また、Bi、Ni、Teは、酸化皮膜82と前記銅との濡れ性を改善し、図27に示す酸化皮膜82への銅合金84の含浸を容易にさせる表面活性元素である。

【0162】このように、SiC20の表面に酸化皮膜82を形成することによって、SiC20における界面反応の発生を抑制することができ、SiC20の熱伝導特性を維持することができる。また、銅合金84には、酸化物生成元素と表面活性元素が添加されている。そのため、酸化皮膜82に対する銅合金84の濡れ性は改善され、酸化皮膜82は銅合金84を容易に含浸することができる。従って、所望の熱伝導特性を有する理想的な複合材料を得ることができる。

【0163】また、本実施の形態に係る複合材料は、図1の複合材料に係る第1～第3の実施の形態に係る製造方法を利用して製造することができる。但し、図27に示す本実施の形態に係る複合材料の製造方法では、SiC20が収容された耐火容器の内部を酸素(O)雰囲気とした後、該SiC20に対して熱処理を施すことで、該SiC20の表面に酸化皮膜82を形成させる。次いで、第1～第3の実施の形態に係る製造方法の含浸工程に移行する。

【0164】また、上記した熱処理は、前記第1～第3の実施の形態に係る製造方法の冷却工程で行ってもよい。この場合、図1に示すSiC20に銅合金22を含浸させた後、該SiC20が収容された耐火容器の内部を酸素(O)雰囲気としてから、該SiC20に対する前記熱処理と該SiC20の冷却を行う。そのため、この製造方法においても、前記熱処理によって図27に示すSiC20の表面に酸化皮膜82を形成することができる。

【0165】また、酸化皮膜82に対する銅合金84の含浸条件によって、酸化皮膜82の厚みが変化する。そして、前記含浸条件によって、前記界面反応の抑制に対して最適な酸化皮膜82の厚みが決定される。この場合、酸化皮膜82の厚みは0.1μm～1.0μmの範囲内であることが望ましい。なお、酸化皮膜82が厚くなると、酸化皮膜82がSiC20と銅合金84との間の熱障壁となり、本実施の形態に係る複合材料の熱伝導を低下させるおそれがある。

【0166】ここで前記含浸条件とは、酸化皮膜82に含浸される銅合金84の溶融温度、酸化皮膜82と銅合金84との接触時間、銅合金84を酸化皮膜82に含浸させた後に実行されるSiC20の冷却工程で選択される冷却方法、及び銅合金84に含まれる添加元素の成分と添加量をいう。

【0167】なお、この発明に係る複合材料は、上述の実施の形態に限らず、この発明の要旨を逸脱することなく、種々の構成を探り得ることはもちろんである。

【0168】

【発明の効果】以上説明したように、本発明に係る複合材料によれば、実際の電子部品(半導体装置を含む)等で求められる熱膨張率と熱伝導率とのバランスに適合した特性を得ることができるという効果が達成される。

【0169】また、本発明に係る複合材料によれば、一般に困難とされる多孔質セラミック焼結体への金属の含浸処理を容易に行うことができる。しかも、多孔質セラミック焼結体への金属の含浸率を向上させることができ、実際の電子部品(半導体装置を含む)等で求められる熱膨張率と熱伝導率とのバランスに適合した特性を有するヒートシンクの生産性を向上させることができる。

【0170】また、本発明に係る複合材料によれば、多孔質セラミック焼結体の表面に酸化皮膜を形成させて、前記酸化皮膜に金属の含浸処理を行うことで、前記多孔質セラミック焼結体における界面反応を回避することができ、実際の電子部品(半導体装置を含む)等で求められる熱膨張率と熱伝導率とのバランスに適合した特性を有するヒートシンクの生産性を向上させることができる。

【0171】また、本発明に係る複合材料によれば、熱伝導率の向上と熱伝導率に関するばらつきを低減することができ、複合材料を用いた製品の歩留まりを向上させることができる。

【0172】また、本発明に係る複合材料によれば、潤滑性の向上を図ることができ、摺動材や軸受材等としても活用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本実施の形態に係る複合材料にて構成されるヒートシンクの利用例を示す説明図である。

【図2】本実施の形態に係る複合材料の構成を概念的に示す斜視図である。

【図3】SiCの気孔率、気孔径、気孔分布を適宜変えたときの熱伝導率と熱膨張率の違いを示す団団である。

【図4】各種複合材料の熱伝導率-熱膨張率特性を示す特性図である。

【図5】図5Aは高圧容器の正面を一部破断して示す図であり、図5Bは高圧容器の側面を一部破断して示す図である。

【図6】本実施の形態に係る複合材料の製造方法を示す工程ブロック図である。

【図7】SiCの気孔率、気孔径、Niめっきの有無、Si含浸の有無、含浸温度、加圧力、加工時間、冷却速度を適宜変えたときのSiC/Cuの反応状況とCuの含浸状況の違いを示す団団である。

【図8】第1の変形例に係る含浸工程を示す工程ブロック図である。

【図9】第2の変形例に係る含浸工程を示す工程ブロック図である。

【図10】第2の実施の形態に係る複合材料の製造方法に使用されるホットプレス炉を示す概略構成図である。

【図11】第2の実施の形態に係る複合材料の製造方法を示す工程ブロック図である。

【図12】図12Aはパッキン部材を示す平面図であり、図12Bは図12AにおけるA-A線上の断面図である。

【図13】第2の実施の形態に係る複合材料の製造方法に使用されるホットプレス炉の他の例を示す概略構成図である。

【図14】第2の実施の形態に係る複合材料の製造方法の変形例に使用されるホットプレス炉を示す構成図である。

【図15】第2の実施の形態に係る複合材料の製造方法の変形例を示す工程ブロック図である。

【図16】第3の実施の形態に係る複合材料の製造方法に使用されるホットプレス炉を示す構成図である。

【図17】第3の実施の形態に係る複合材料の製造方法を示す工程ブロック図である。

【図18】第1の実験例(SiCに含浸する金属をそれぞれ変えたときの熱伝導率のばらつきをみた実験)の実験結果を示す図である。

【図19】第2の実験例(A1Nに含浸する金属をそれぞれ変えたときの熱伝導率のばらつきをみた実験)の実験結果を示す図である。

【図20】第3の実験例(SiCに含浸する金属を純銅

とし、それぞれ冷却方法を変えたときの熱伝導率のばらつきをみた実験)の実験結果を示す図である。

【図21】第4の実験例(接触時間に対する熱伝導率の変化をみた実験)の実験結果を示す特性図である。

【図22】第5の実験例(浸漬保持時間に対する熱伝導率の変化をみた実験)の実験結果を示す特性図である。

【図23】図23A～図23Cは、気孔率が20%～1%のSiCに含浸する銅合金に含まれる添加元素を変えたときの熱伝導率の変化をみた図である。

【図24】図24A～図24Cは、気孔率が30%～1%のSiCに含浸する銅合金に含まれる添加元素を変えたときの熱伝導率の変化をみた図である。

【図25】図23A～図23Cに示す結果を棒グラフの形態で表した図である。

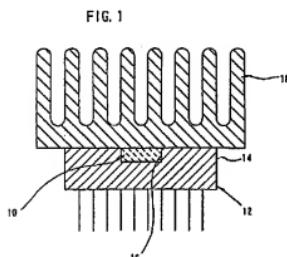
【図26】図24A～図24Cに示す結果を棒グラフの形態で表した図である。

【図27】本実施の形態に係る複合材料の変形例の構成を概念的に示す断面図である。

【符号の説明】

1.0…ヒートシンク	2.0…多孔質セラミック焼結体(SiC)
2.2, 8.4…銅合金	3.0…高圧容器
4.0, 6.6…耐火容器	4.4a…第1室
4.4b…第2室	

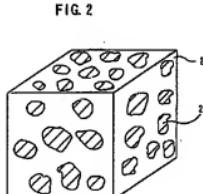
【図1】



【図18】

FIG. 18

【図2】



含浸金属	測定値(μ)	平均値(μ)	ばらつき
実験例1 Cu	1.7	1.67	14.0
実験例12 Cu-2%He	2.6	2.00	10.3
実験例13 Cu-2%Ti	4	1.95	11.5
実験例14 Cu-1.5%Si	6	2.05	12.0

【図3】

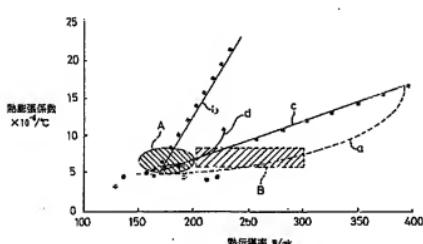
FIG. 3

例	金属性	気孔率 vol%	気孔径 μm	熱伝導 W/mK の分布	熱伝導 W/mK X15°C	多孔実体 %	SIC
実施例 1	鋼	30.9	45.4	90	222	4.55	SIC
実施例 2	鋼	22.5	20.2	97	212	4.19	SIC
実施例 3	鋼	24.0	14.8	97	193	4.49	SIC
実施例 4	鋼	39.4	38.5	92	245	5.5	SIC
実施例 5	鋼	38.7	24.2	97	246	6.2	SIC
実施例 6	鋼	49.1	26.0	93	268	6.8	SIC
実施例 7	鋼	82	6.5	99	238	7.5	SIC
実施例 8	鋼	63	37	92	239	8.8	SIC
実施例 9	鋼	36.9	10.1	95	220	4.19	SIC 0.5vol
比較例 1	鋼	14	25	98	162	4.9	SIC
比較例 2	鋼	80	40	48	242	12.4	SIC
比較例 3	鋼	50	130	73	261	5.1	SIC

熱伝導率 : 15°C~200°Cまでの平均

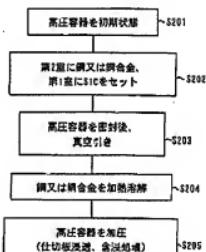
【図4】

FIG. 4



【図9】

FIG. 9

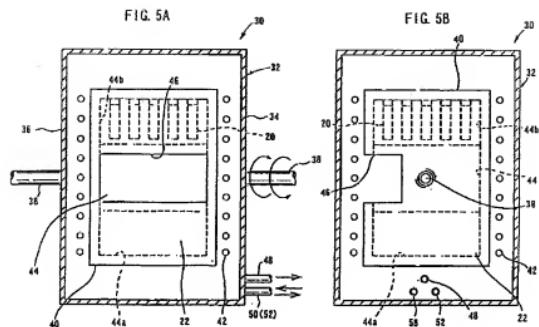


【図19】

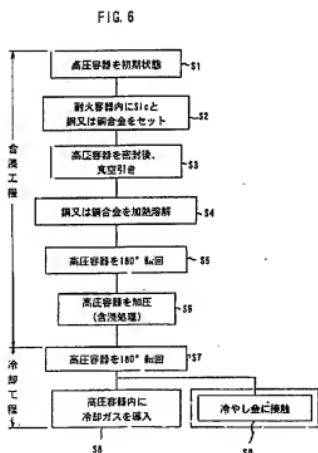
FIG. 19

	合浸金属	測定数 (個)	平均径 (mm)	ばらつき
実施例2.1	Cu	1	1.45	15.3
実施例2.2	Cu-2%Be	0	2.15	10.8
実施例2.3	Cu-2%Ti	3	2.06	10.8
実施例2.4	Cu-1.5%Si	3	2.16	12.3

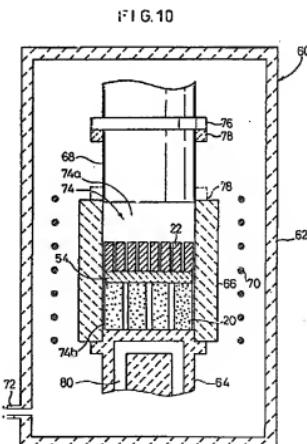
【図5】



【図6】



【図10】



【図7】

FIG. 7

No.	試孔率 ¹	試孔径 ²	始めつけ	Si合浴	合浴温度 ³ ℃	熱圧力 ⁴ kg/cm ²	加熱時間 sec	冷却速度 ⁵ °C/h		SiC/Cuの 反応状況	合浴状況
								初期	最終		
ワガツ 1	35	70	無	無	1130	8	60	260	△	△	△
ワ 2	44	22	無	無	1130	80	20	900	○	○	○
ワ 3	59	42	有	有	1130	120	10	480	○	○	○
ワ 4	15	5	有	無	1130	240	10	900	○	○	○
ワ 5	59	42	無	有	1180	8	60	900	△	△	△
ワ 6	15	5	無	無	1180	40	20	480	○	△	△
ワ 7	59	42	無	有	1180	120	10	900	○	○	○
ワ 8	44	22	無	無	1180	240	10	820	○	○	○
ワ 9	44	22	無	有	1230	8	20	900	○	△	△
ワ 10	59	42	有	無	1230	40	15	780	○	○	○
ワ 11	15	5	有	無	1230	60	10	520	○	○	○
ワ 12	44	22	無	有	1230	240	5	510	○	○	○
ワ 13	59	42	無	無	1230	40	5	740	○	○	○
ワ 14	35	70	無	無	1260	80	45	480	△	○	○
ワ 15	44	22	有	無	1260	80	5	620	○	○	○
ワ 16	59	42	無	有	1260	120	10	790	○	○	○

注 SiC/Cuの反応: ○反応なし ○反応少
Cuの合浴状況: ○合度良好 ○合度やや不十分 △合度不十分

【図12】

FIG.12A

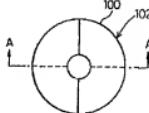
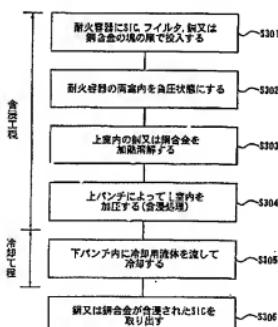


FIG. 12B



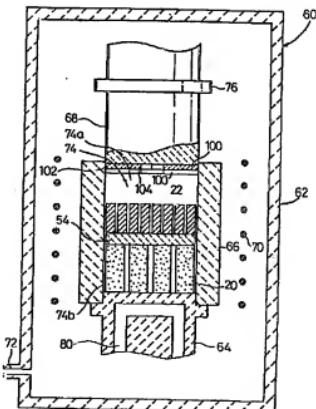
【図11】

FIG. 11



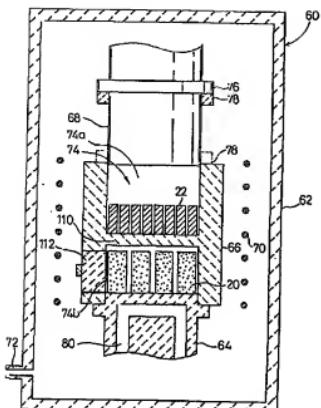
【図13】

FIG. 13



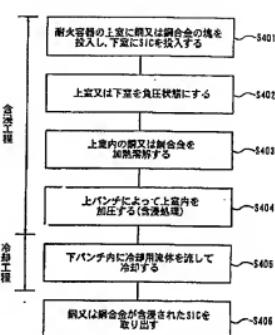
【図14】

FIG.14



【図15】

FIG.15

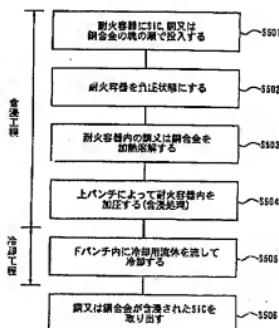
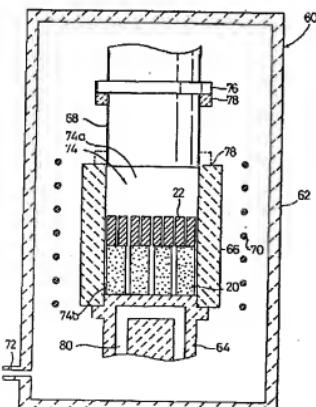


【図17】

FIG.17

【図16】

FIG.16



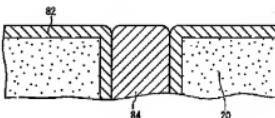
【図20】

FIG. 20

	含浸金属	冷却方法	割定数(個)	平均値(%)	ばらつき
実施例3.1	Cu	間接水冷コイル	6	14.5	35.2
実施例3.2	Cu	アルブレート	5	16.5	18.5
実施例3.3	Cu	直接ガス冷却	6	17.2	10.4

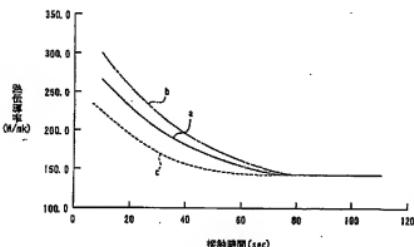
【図27】

FIG. 27



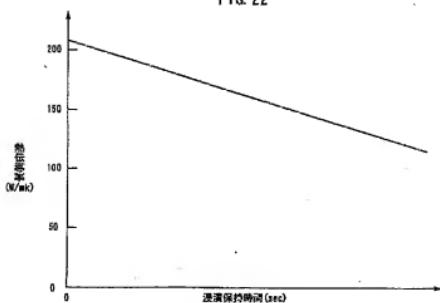
【図21】

FIG. 21



【図22】

FIG. 22



【図23】

FIG. 23A

	鉄	B e	B i	C r	MM	Mn	N b	N i
添加量 [wt%]	0.5-1.0	0.2-2.0	0.5	0.5	1.0	1.0	0.5-3.0	
熱伝導率MAX [W/mK]	191	228	218	184	195	189	190	222
熱伝導率AVE [W/mK]	169	191	206	181	193	187	187	193
熱伝導率min [W/mK]	156	168	171	179	189	185	184	159

FIG. 23B

	S b	T e B i	T e N i	T e	T e C e	T e C r	T e F e	T e M g
添加量 [wt%]	0.5 0.2-2.0	0.2-2.0/ 0.2-2.0						
熱伝導率MAX [W/mK]	177	228	182	242	213	203	201	205
熱伝導率AVE [W/mK]	175	224	180	205	197	174	179	190
熱伝導率min [W/mK]	173	222	178	170	184	150	152	164

FIG. 23C

	T e M M	T e P b	T e Z n	T e Z r	T i	Z r
添加量 [wt%]	0.2-2.0/ 0.2-2.0	0.2-2.0/ 0.2-2.0	0.2-2.0/ 0.2-2.0	0.2-2.0/ 0.2-2.0	1.5	1.3
熱伝導率MAX [W/mK]	219	218	206	230	204	193
熱伝導率AVE [W/mK]	206	216	203	201	201	181
熱伝導率min [W/mK]	194	215	201	191	200	189

【図24】

FIG. 24A

	鉄	A g	A i	B e	B i	C a	C o	C r
添加量 [wt%]		0.8	4.6	0.5-1.0	1.0-2.0	2.3	9.0	3.6
熱伝導率MAX [W/mK]	131	124	124	197	168	116	107	169
熱伝導率AVE [W/mK]	123	122	122	165	129	114	105	136
熱伝導率min [W/mK]	115	119	120	119	104	112	104	118

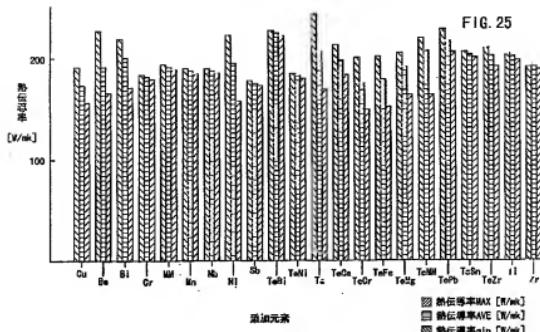
FIG. 24B

	F e	M g	M M	M n	N b	N i	P b	S b
添加量 [wt%]	1.0 1.0-2.0	0.5-0.7 0.2-2.0	0.2-2.0/ 0.2-2.0	1.0 0.2-2.0	1.0 1.0	0.5-3.0 0.2-2.0	1.0 1.0	0.5
熱伝導率MAX [W/mK]	130	122	115	137	130	170	107	154
熱伝導率AVE [W/mK]	127	118	113	135	115	144	106	152
熱伝導率min [W/mK]	125	116	108	133	92	114	104	150

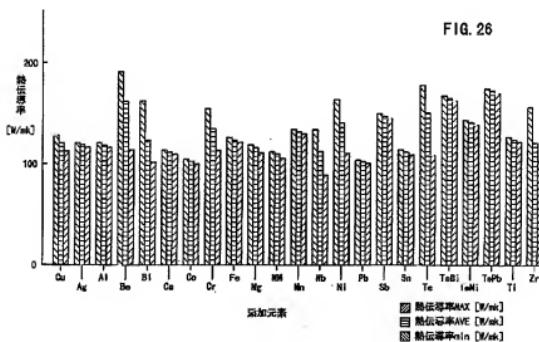
FIG. 24C

	S n	T e	T e B i	T e N i	T e P b	T i	Z r
添加量 [wt%]	1.0 0.5-2.0	0.5-2.0/ 0.2-2.0	0.2-2.0/ 0.2-2.0	0.2-2.0/ 0.2-2.0	0.2-2.0/ 0.2-2.0	1.5	0.5-9.7
熱伝導率MAX [W/mK]	117	164	172	146	170	130	161
熱伝導率AVE [W/mK]	115	155	170	146	177	128	123
熱伝導率min [W/mK]	114	112	169	143	176	126	107

[図25]



[図26]



フロントページの書き

(72)発明者 鈴木 健
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

(72) 発明者 中山 信亮
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本硝子株式会社内

(72) 発明者 竹内 広幸
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

(72) 発明者 安井 誠二
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本硝子株式会社内